

Dariusz JARZĄBEK, Zygmunt RYMUZA

INSTYTUT MIKROMECHANIKI I FOTONIKI, WYDZIAŁ MECHATRONIKI, POLITECHNIKA WARSZAWSKA,
ul. Św. Andrzeja Boboli 8, 02-525 Warszawa

Nowa metoda pomiaru lepkości ultracienkich warstw polimerów**Mgr inż. Dariusz JARZĄBEK**

Ukończył studia na Wydziale Mechatroniki Politechniki Warszawskiej na specjalności Mikromechanika. Obecnie jest doktorantem w Zakładzie Konstrukcji Urządzeń Precyzyjnych. Jego główne zainteresowania naukowe to badanie własności mechanicznych i trybologicznych warstwy wierzchniej oraz cienkich warstw materiałów w skali mikro i nano, oraz wytwarzanie i własności mechaniczne nanostruktur. Obecnie odbywa półroczny staż w Instytucie Paula Scherrer'a w Szwajcarii.

e-mail: dariusz.jarzabek@psi.ch**Prof. dr hab. inż. Zygmunt RYMUZA**

Pracownik w Instytucie Mikromechaniki i Fotoniki Politechniki Warszawskiej. Zajmuje się problematyką badań mechanicznych, trybologicznych i adhezyjnych ultracienkich warstw materiałów w skali mikro/ nano. Jest autorem 3 monografii naukowych i znacznej liczby artykułów w czasopiśmie naukowych w kraju i za granicą. Prezentował wyniki prac badawczych na wielu konferencjach naukowych krajowych i zagranicznych.

e-mail: z.rymuza@mchtr.pw.edu.pl**Streszczenie**

W artykule przedstawiono nową, metodę pomiaru lepkości ultracienkich warstw polimerów. Polega ona na zanurzeniu w warstwie drgającej sondy pomiarowej. Na podstawie zmian częstotliwości rezonansowej oraz fazy jej drgań można wyznaczyć wartość lepkości w funkcji głębokości zanurzenia. Grubość najcieńszej przebadanej warstwy wynosiła 30 nm, a dokładność pomiaru lepkości około 10%. Otrzymane wyniki są zgodne z przewidywaniami oraz z wynikami otrzymywanymi innymi metodami. Nowa metoda pomiarowa może być przydatna w rozwoju nowych technologii takich jak proces nanoimprint lithography.

Słowa kluczowe: lepkość, cienkie warstwy, polimery.

New method for measurement of viscosity of ultrathin polymeric films**Abstract**

A new method of measurement viscosity of thin polymeric films is presented. The probe, which is placed on the end of the arm of the mini tuning fork (Fig. 2) is made to oscillate and than is put into the PMMA (poly(methyl methacrylate)) films. Because of the rheological properties of measured samples, the amplitude and resonant frequency are changed. Simple mathematical model of probe, which is immersed partially into a liquid and oscillates, was elaborated. Thirteen samples were examined which differed from each other by the thickness of the film and the molecular weight. The thickness of the films is from 30 nm up to 1080 nm (Tab. 1). All measured properties are depended on temperature, thickness of the film, the depth of indentation of the probe and the molecular weight of PMMA. The viscosity is lower in higher temperatures (Fig. 5) but higher with bigger molecular weight (Fig. 6). They are also lower for thicker films. The results gained from this experiment may be useful in development of nanoimprint lithography and many other branches of nanotechnology. What is more, the method gives a possibility of fast and precise measurement of rheological properties of many different thin films in function of temperature.

Keywords: viscosity, ultrathin films, polymers.

1. Wstęp

Pod koniec lat pięćdziesiątych XX wieku Richard Feynman wygłosił swój słynny wykład „There is plenty of room at the bottom” (w wolnym tłumaczeniu: jest dużo miejsca u podstaw). Rozpoczynając od wyobrażenia sobie, co należy zrobić, aby zmieścić 24-tomową Encyklopedię Britannikę na łebku od szpilki, Feynman przedstawił koncepcję miniaturyzacji oraz możliwości tkwiące w technologii mogącej operować na poziomie nanometrowym. Jest to symboliczny początek dzieła nauki i techniki zwanego nanotechnologią.

Od tego czasu nanotechnologia rozwinęła się znacznie, szczególnie widać ten postęp w dziedzinie elektroniki, gdzie miniaturyzacja umożliwiła tworzenie coraz to mniejszych, szybszych i wydajniejszych procesorów, nośników pamięci itp. Procesy technologiczne operujące w skali nanometrowej wymagają jednak

nowoczesnych metod pomiarowych oraz modeli matematycznych do nich dostosowanych. Doskonałym tego przykładem są cienkie warstwy, gdzie przestaje już obowiązywać model płynów i ciał stałych, jako ośrodków ciągłych, a na pierwszy plan wysuwają się właściwości związane z korpuskularną budową materii. Inżynierowie wkraczają powoli w świat zarezerwowany niegdyś wyłącznie dla fizyków oraz chemików kwantowych.

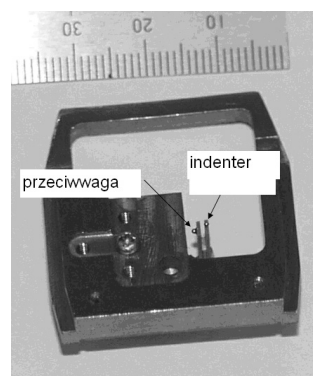
Jedną z właściwości cienkich warstw, która jest ważna z punktu widzenia nanotechnologii jest lepkość. Liczne metody jej pomiaru w cienkich warstwach przedstawiono w pracach [1-19] Ogólnie, lepkość jest to właściwość materiałów we wszystkich stanach skupienia. Nazywamy tak opór, jaki występuje pomiędzy warstwami materiału podczas ich wzajemnego ruchu. Dlatego też lepkość jest często nazywana „tarcie wewnętrzne”. Uogólnienie pojęcia lepkości jest wprowadzenie lepkości zespolonej:

$$\eta^* = \eta' - i\eta'' \quad (1)$$

gdzie składowa rzeczywista η' jest lepkością w rozumieniu klasycznej definicji, natomiast składowa urojona η'' jest sprężystością badanej substancji.

2. Układ pomiarowy

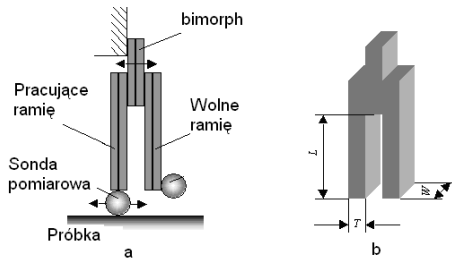
Do pomiarów lepkości użyto minikamertonu wykonanego przez Microtestmachines Co. (Białoruś). Jest on zamocowany w standardowym uchwycie (rys. 1), który wkłada się do mikroskopu sił atomowych (AFM), którym dysponuje Instytut Mikromechaniki i Fotoniki (IMIF) Politechniki Warszawskiej. Minikamerton jest przedstawiony na rysunku 2.



Rys. 1. Minikamerton umieszczony w standardowym uchwycie z AFM-u
Fig. 1. Mini tuning fork put into standard AFM's holder

Minikamerton składa się z aktuatora „bimorph” wykonanego z cyrkonianu-tytanianu ołowiu (PZT). Aktuator taki zbudowany jest z dwóch cienkich warstw ceramiki piezoelektrycznej spolaryzowanych w przeciwnych kierunkach, dzięki czemu może on

wykonywać ruch drgający i pobudzać ramiona kamertonu. Ramiona kamertonu są także wykonane z PZT i służą również jako czujniki siły docisknięcia indentera (sondy pomiarowej) do podłoża. Indenterem jest stalowa kulka o średnicy 0,7 mm. Taka sama kulka została przyklejona do wolnego ramienia minikamertonu, aby go zrównoważyć. Indenter jest wprawiany w ruch przez przyłożenie napięcia ± 5 V do aktuatora. Parametry drgań są określane z napięcia na pracującym ramieniu minikamertonu.



Rys. 2. a) Minikamerton z wbudowanym czujnikiem siły, b) jego parametry geometryczne

Fig. 2. a) Mini tuning fork with force detector, b) its geometrical parameters

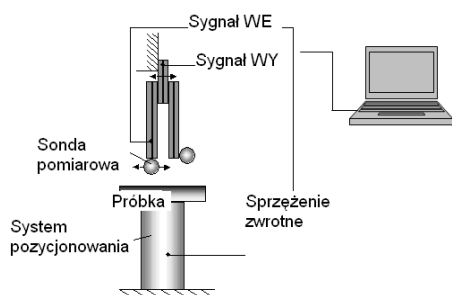
Wymiary zastosowanego kamertonu, zmierzone na mikroskopie optycznym, są następujące: $L = (3,77 \pm 0,01)$ mm, $W = (1,94 \pm 0,01)$ mm oraz $T = (0,67 \pm 0,01)$ mm (rys. 2b). Na tej podstawie, zgodnie z [20], można wyznaczyć sztywność pracującego ramienia mikrokamertonu ze wzoru:

$$k = \frac{E}{4} W \left(\frac{T}{L} \right)^3 \quad (2)$$

gdzie $E = 4,9 \times 10^{10}$ N/m² jest modułem Younga PZT. Zmierzona częstotliwość drgań rezonansowych wynosi: 15625 Hz.

W trakcie eksperymentów należy badać charakterystyki układu sonda pomiarowa – próbka podczas drgania sondy będącej w kontakcie z próbką. Zbieranie oraz przetwarzanie sygnałów jest realizowane przy pomocy elektronicznych systemów mikroskopu sił atomowych (AFM) model NT-206 wykonany przez Microtestmachines Co. W urządzeniu zastosowano dwa napędy: zgrubne pozycjonowanie próbki (z mikrometrową dokładnością) w osi z względem sondy odbywa się za pomocą silnika skokowego, natomiast nanometrowa rozdzielczość ruchu próbki jest możliwa dzięki krysztalowi piezoelektrycznemu.

Minikamerton jest pobudzany do drgań prądem sinusoidalnym. Otrzymywane w pracującym ramieniu natężenie piezoprądu jest wykorzystane w pętli sprzężenia zwrotnego do ustalenia stałego położenia próbki i sondy względem siebie (rys. 3).



Rys. 3. Schemat układu pomiarowego zastosowanego do badań lepkości

Fig. 3. Schematic of measurement device used to viscosity measurements

3. Badane próbki

Zbadano 13 próbek cienkich warstw PMMA (polimetakrylan metylu), różniących się grubością warstwy oraz masą cząsteczkową. Temperatura zeszklenia T_g PMMA wynosiła około 100 °C. Charakterystykę próbek przedstawiono w tabelicy 1.

Tab. 1. Charakterystyka badanych próbek
Tab. 1. Characteristic of samples under tests

L.p.	Grubość warstwy [nm]	Masa cząsteczkowa [u]
1.	30	120 000
2.	50	120 000
3.	53	120 000
4.	104	120 000
5.	115	120 000
6.	220	120 000
7.	270	120 000
8.	450	120 000
9.	511	120 000
10.	518	120 000
11.	1080	120 000
12.	920	350 000
13.	1020	996 000

Przed wykonaniem każdej próbki powierzchnia krzemowa była dokładnie czyszczona metodą ultradźwiękową z użyciem acetonu, a następnie suszona strumieniem powietrza. Na tak przygotowanej powierzchni nałożono warstwę HMDS metodą wirowania przez około 20 s przy prędkości 1000 obr/min pojedynczej kropli (rozpuszczalnik PMMA). Następnie kładziono kroplę PMMA i wirowano przez 60 s. Na koniec próbki były wygrzewane w temperaturze 140 °C przez 20 minut w celu odparowania rozpuszczalnika. Próbki otrzymano z Osaka Prefecture University (Japonia).

4. Model matematyczny

Minikamerton jest pobudzany do drgań sygnałem sinusoidalnym, którego częstotliwość zmienia się w pewnym ustalonym zakresie i obejmuje częstotliwość rezonansową. Jeżeli kulkę potraktujemy jak punkt materialny, jej ruch można opisać za pomocą II zasady dynamiki:

$$m \frac{d^2 x}{dt^2} + c_p \frac{dx}{dt} + kx = F_0 \sin(\Omega t) \quad (3)$$

gdzie F_0 jest amplitudą sygnału wymuszającego, Ω jest częstotliwością sygnału wymuszającego, x jest przemieszczeniem kulki, m jest masą efektywną kulki, k jest stałą sprężystości ramienia kamertonu, a c_p jest współczynnikiem tłumienia związanym z tłumieniem drgań przez sam kamerton oraz przez powietrze.

Rozwiązaniem równania w stanie ustalonym jest zależność:

$$x = A_p \sin(\Omega t - \varphi) \quad (4)$$

gdzie A_p jest amplitudą odpowiedzi układu, a φ jest przesunięciem w fazie odpowiedzi względem sygnału.

Istotną dla wyznaczenia własności reologicznych amplitudę maksymalną A_{pmax} można wyznaczyć z wzoru:

$$A_{pmax} = \frac{F_0}{\frac{c_p}{m} \sqrt{km - \frac{c_p^2}{4}}} \quad (5)$$

Amplituda maksymalna drgań A_{pmax} jest osiągnięta dla częstotliwości:

$$\Omega_p = \sqrt{\frac{k}{m} - \frac{c_p^2}{2m^2}} \quad (6)$$

W układzie pomiarowym, mierzona jest nie częstotliwość, ale częstotliwość drgań. Częstotliwość drgań rezonansowych Ω_{rp} można wyznaczyć za pomocą zależności:

$$\Omega_{rp} = 2\pi f_p \quad (7)$$

Zatem współczynnik tłumienia:

$$c_p = \frac{\sqrt{2\left(\frac{k}{m} - 4\pi^2 f_p^2\right)}}{m} \quad (8)$$

Masa efektywna m występująca w (8) może być wyznaczona metodą analityczną opisaną w [1]. Metoda ta jednak wymaga znajomości gęstości materiału, z którego wykonano minikamerton, jego wymiarów oraz masy kulki, co utrudnia jej stosowanie. Ponadto pierwsze wyniki badań w próbkach pokazały, że wraz z zagłębieniem się sondy w materiał zmienia się częstość rezonansowa ω_0 . Zmiana taka jest możliwa tylko, jeżeli zmienia się współczynnik sprężystości układu lub masa efektywna. Ponieważ współczynnik sprężystości kamertonu wyznacza się przy pomocy wzoru (2), w którym nie ma żadnego elementu mogącego ulec zmianie wraz z zagłębieniem, należy przyjąć, że zmienia się masa efektywna. Może być to spowodowane doczepianiem się do sondy cząstek badanego materiału. Postanowiono, zatem wyeliminować masę efektywną z równań potrzebnych do obliczenia współczynnika tłumienia. W tym celu użyto odpowiedniego układu równań, bazując na dwóch charakterystycznych punktach wykresu amplitudy od częstości: punktu, w którym amplituda osiąga maksimum oraz dowolnego innego, ale położonego w miarę blisko od maksimum. Za drugi punkt przyjęto punkt, w którym amplituda osiąga wartość równą połowie maksymalnej amplitudy (są dwa takie punkty na wykresie, do obliczeń przyjmowano ten o mniejszej częstości). Przez porównanie tych dwóch amplitud otrzymano równanie:

$$\frac{1}{2} \frac{F_0}{\frac{c_p}{m} \sqrt{km - \frac{c_p^2}{4}}} = \frac{F_0}{m \sqrt{\left(\frac{k}{m} - \Omega^2\right)^2 + \left(\frac{c_p}{m}\right)^2 \Omega^2}} \quad (9)$$

gdzie: Ω jest częstością dla punktu, w którym amplituda jest połową amplitudy maksymalnej.

Z równań (7), (8), (9) otrzymujemy zależność na współczynnik tłumienia:

$$c_p = \frac{k \sqrt{2\sqrt{f_r^4 + \left(f_r^2 - f_{\frac{1}{2}p}^2\right)^2} - 2f_r^2}}{2\pi \left(2\sqrt{f_r^4 + \left(f_r^2 - f_{\frac{1}{2}p}^2\right)^2} - f_r^2\right)} \quad (10)$$

gdzie $f_{\frac{1}{2}p}$ jest częstością odpowiadającą częstości Ω . Współczynnik sztywności k wyznacza się z równania (2).

W trakcie pomiaru sonda pomiarowa (kulka znajdująca się na końcu pomiarowego ramienia kamertonu) zanurza się częściowo w badanej substancji. Zatem do współczynnika tłumienia c_p należy dodać współczynnik c_s związany z tłumieniem drgań przez badaną substancję. Równanie ruchu kulki jest w tym wypadku opisywane zależnością:

$$m \frac{d^2x}{dt^2} + (c_p + c_s) \frac{dx}{dt} + kx = F_0 \sin(\Omega t) \quad (11)$$

Analogicznie do poprzednich rozważań można wyznaczyć amplitudę maksymalną drgań w stanie ustalonym A_{smax} oraz częstość drgań Ω_{rs} , dla której ona występuje:

$$A_{smax} = \frac{F_0}{\frac{(c_p + c_s)}{m} \sqrt{km - \frac{(c_p + c_s)^2}{4}}} \quad (12)$$

$$\Omega_{rs} = \sqrt{\frac{k}{m} - \frac{(c_p + c_s)^2}{2m^2}} \quad (13)$$

Współczynnik tłumienia c_s wyznacza się taką samą metodą jak współczynnik c_p . Otrzymujemy zatem:

$$c_s = \frac{k \sqrt{2\sqrt{f_{rs}^4 + \left(f_{rs}^2 - f_{\frac{1}{2}s}^2\right)^2} - 2f_{rs}^2}}{2\pi \left(2\sqrt{f_{rs}^4 + \left(f_{rs}^2 - f_{\frac{1}{2}s}^2\right)^2} - f_{rs}^2\right)} - c_p \quad (14)$$

gdzie f_{rs} jest zmierzoną częstością rezonansową drgań układu w trakcie pomiaru, natomiast $f_{\frac{1}{2}s}$ jest częstością, dla której amplituda osiąga wartość równą połowie amplitudy maksymalnej.

Współczynnik tłumienia c_s zależy od parametrów geometrycznych układu pomiarowego i może być przeliczony na lepkość zespoloną za pomocą zależności:

$$\eta^* = \frac{c_s}{\Gamma} \quad (15)$$

gdzie: Γ jest współczynnikiem geometrycznym.

W zastosowanej metodzie kula o średnicy d przesuwa się po płaskiej powierzchni zanurzona w niej na głębokości h . Zatem zgodnie z [21] można wyznaczyć współczynnik Γ :

$$\Gamma = \frac{8}{5} \pi d \ln\left(\frac{d}{h}\right) \quad (16)$$

Zastosowana w równaniu (15) lepkość zespolona η^* dla płynów newtonowskich jest zwykłą lepkością zgodną z definicją klasyczną. Polimery badane w tej pracy posiadają właściwości lepko-sprężyste, zatem lepkość posiada dwie składowe: rzeczywistą, która jest lepkością w rozumieniu klasycznej definicji oraz urojoną, która jest sprężystością badanej warstwy.

Rozłożenie lepkości zespolonej na składowe jest możliwe dzięki pomiarowi przesunięcia fazowego. Zatem ostatecznie:

$$\eta' = \eta^* \cos \delta \quad (17)$$

$$\eta'' = \eta^* \sin \delta \quad (18)$$

Opisana metoda pomiarowa posiada ograniczenia związane z zastosowanymi przyrządami pomiarowymi oraz samymi próbkami. Głównym ograniczeniem jest grubość mierzonych warstw. Chropowatość sondy pomiarowej, zmierzona przy użyciu mikroskopu sił atomowych wyniosła $R_a = 10$ nm, natomiast chropowatość badanych próbek była rzędu $R_a = 5$ nm. Powstaje, zatem problem z dokładnym określeniem momentu kontaktu sondy z materiałem. Przeanalizowanie kilku wykresów amplitudy drgań w funkcji przemieszczenia sondy pomiarowej pokazuje jednak, że w momencie kontaktu następuje gwałtowne zmniejszenie się amplitudy. Przyjęto wobec tego, że miejsce kontaktu sondy z materiałem jest miejscem rozpoczęcia się tego procesu.

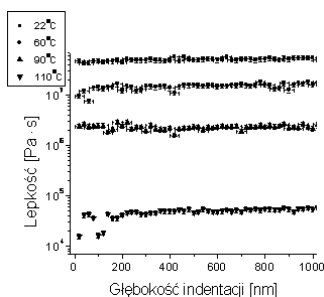
Co więcej należy zauważyć, że model matematyczny odwołuje się do polimeru jako ośrodka ciągłego. Trudno jest oszacować, do jakiej grubości warstwy takie założenie może zostać przyjęte. W pracy tej najcieńsza próbka, jaką przebadano posiadała grubość 30 nm. Zatem wszystkie próbki od niej grubsze można z powodzeniem badać za pomocą tej metody.

Rozdzielczość przemieszczenia pionowego, które umożliwia układ pomiarowy wynosiła według producenta 0,1 nm, niemniej jednak w praktyce najmniejszą rozdzielczość jaką można było zastosować był 1 nm. Stosowano rozdzielczość 20 Hz.

5. Dyskusja otrzymanych wyników

Przykładowe wyniki pomiaru lepkości w funkcji głębokości indentacji, dla różnych temperatur przedstawiono na rys. 4.

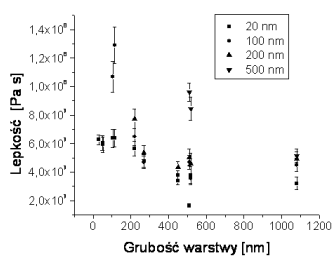
Dokładna analiza wyników otrzymanych dla wszystkich trzynastu próbek wykazała, że lepkość nieznacznie (około 10%) wzrasta wraz z głębokością indentacji. Prawdopodobnie jest to spowodowane wpływem podłoża, rosnącym z głębokością.



Rys. 4. Wpływ temperatury na lepkość warstwy PMMA o grubości 1080 nm i masie cząsteczkowej 120 000

Fig. 4. Viscosity PMMA vs. indentation thickness for different temperature of sample of thickness 1080 nm and of molecular weight 120 000

Znaczny wpływ na lepkość, ma grubość badanej warstwy (rys. 5).



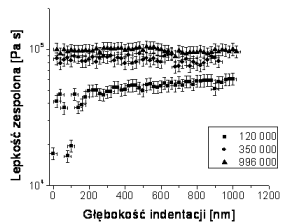
Rys. 5. Zależność zmiany lepkości od grubości warstwy PMMA dla 4 różnych głębokości indentacji. Pomiary wykonano w temperaturze pokojowej

Fig. 5. Viscosity vs. film thickness for 4 different indentation depths at room temperature

Lepkość maleje wraz ze wzrostem grubości warstwy. Jest to wynik, którego się spodziewano, ze względu na to, że wartość lepkości dla PMMA w makroskali jest mniejsza od zmierzonej dla większości cienkich warstw. Warstwy powyżej 1000 nm grubości mają już lepkość taką jak PMMA w makroskali. Zjawisko to jest również potwierdzone w literaturze. Hiroshima [22] odnotował wzrost lepkości dla warstw poniżej 2 μm , natomiast Washiya [23] dla warstw około 200 nm.

We wszystkich próbkach zaobserwowano silną zależność lepkości od temperatury. Lepkość zespolona oraz lepkość w temperaturze 110 $^{\circ}\text{C}$ są o cztery rzędy wielkości mniejsze niż w temperaturze pokojowej. Jest to zgodne z przewidywaniami, ponieważ lepkość polimerów silnie zależy od temperatury.

Lepkość wzrasta również silnie wraz ze wzrostem masy cząsteczkowej badanych polimerów (rys. 6).



Rys. 6. Zależność lepkości od masy cząsteczkowej w temperaturze 110 $^{\circ}\text{C}$

Fig. 6. Viscosity vs. molecular weight at 110 $^{\circ}\text{C}$

Wyniki zgodne z przedstawionymi w tym artykule, otrzymano również inną metodą w [22]. Potwierdza to poprawność opisanej tutaj metody pomiarowej.

6. Wnioski

W artykule przedstawiono nową metodę pomiaru lepkości cienkich warstw polimerów. Została ona pomyślana głównie do badań rezystów stosowanych w procesie zwanym litografią nano-odbiciową (z. ang. nanoimprint lithography), ale może być z powo-

dzeniem stosowana do pomiarów innych substancji. Dotychczas uzyskane wyniki pokazują poprawność opisanej metody.

Zastosowanie kulistej sondy pomiarowej umieszczonej na pracującym ramieniu minikamertonu wykonanego z piezoceramiki, umożliwiło dokładne i relatywnie szybkie pomiary lepkości cienkich warstw polimerów w funkcji głębokości oraz temperatury.

7. Literatura

- [1] Isrealachvili J.N.: Measurement of the viscosity of liquids in very thin films. *JColl Interf. Sci.* 1986, 110:263.
- [2] Isrealachvili J.N.: Measurements of the viscosity of thin fluid films between two surfaces with and without adsorbed polymers. *Colloid Polym. Sci.*, 1986, 264, 1060-1065.
- [3] Chan D.Y.C and Horn R.G.: The drainage of thin liquid films between solid surfaces. *J.Chem. Phys.*, 1985, 83(10).
- [4] Dhinojwala A, Granick S: Surface Forces in the Tapping Mode: Solvent Permeability and Hydrodynamic Thickness of Adsorbed Polymer Brushes. *Macromolecules*, 1997, 30, 1079-1085.
- [5] Van Alsten J., Granick S.: Molecular Tribometry of Ultrathin Liquid Films, *Physical Review Letters*, 1988, 61, 2570-2573.
- [6] Montfort J.P., Hadziioannou G.: Equilibrium and dynamic behavior of thin films of a perfluorinated polyether. *J. Chem. Phys.* 1988,88 (11), 7187-7196.
- [7] Martin S.J., Ricco A.J., Hughes R.C.: Acoustics wave device for sensing in liquids. *Transducer*, 1987, 87 478-481.
- [8] Martin B.A., Wenzel S.W., White R.M.: Viscosity and density sensing with ultrasonic plate waves. *Sens. Actuators A: Phys.*, 1997, 22, 704-708.
- [9] Muramatsu H., Suda M., Ataka T., Seki A., Tamyia E., Karube I.: Piezoelectric resonator as a chemical and biochemical sensing device. *Sens. Actuators A: Phys.*, 1990, 21, 362-368.
- [10] Oden P.I., Chen G.Y., Steele R.A., Warmack R.J., Thundat T.: Viscous drag measurements utilizing microfabricated cantilevers. *Appl. Phys. Lett.*, 1996, 68 (26) 3814-3816.
- [11] Jakoby B., Vellekoop M.J.: Viscosity sensing using a Love-wave device. *Sens. Actuators A: Phys.*, 1998, 68, 275-281.
- [12] Shih W.Y., Li X., Gu H., Shih W.-H., Aksay I.A.: Simultaneous liquid viscosity and density determination with piezoelectric unimorph cantilevers. *J. Appl. Phys.*, 2001, 89 (2) 1497-1505.
- [13] Papi M., Arcovito G., De Spirito M., Vassalli M., Tiribilli B.: Fluid viscosity determination by means of uncalibrated atomic force microscopy cantilevers. *Appl. Phys. Lett.*, 2006, 88 194102-1 – 194102-3.
- [14] McLoughlin N., Lee S.L., Hähner G.: Simultaneous de-termination of density and viscosity of liquids based on resonance curves of uncalibrated microcantilevers. *Appl. Phys. Lett.*, 2006, 89, 184102-1-184102-3.
- [15] Papi M., Maulucci G., Arcovito G., Paoletti P., Vassalli M., De Spirito M.: Detection of microviscosity by using uncalibrated atomic force microscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 2008, 93, 124102-1-124102-3.
- [16] Wang W.-C., Afromowitz M., Hannaford B.: Technique for mechanical measurement using optical scattering from a micro-pipette. *IEEE Trans. Biomed. Eng.*, 1994, 40 (March), 298-304.
- [17] Fedorchenko A.I., Stachiv I., An-Bang Wang: The optical viscometer based on the vibrating fiber partially submerged in fluid. *Sensors and Actuators B*, 2009, 142, 111-117.
- [18] Itoh S., Fukuzawa K., Hamamoto Y., Zhang H., Mitsuya Y: Fiber Wobbling Method for Dynamic Viscoelastic Measurement of Liquid Lubricant Confined in Molecularly Narrow Gaps. *Tribology Letters*, 2008, 30, 177-189.
- [19] Svintsov A. A., Trofimov O. V., and Zaitsev S. I.: Viscosity measurements of nanoimprint lithography resists with a rheological nanoindenter. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 2007, 25 (6).
- [20] Karrai K.: Lecture notes on shear and friction force detection with quartz tuning forks. Work presented at the "Ecole Thématique du CNRS" on near-field optics. March 2000, La Londe les Maures, France.
- [21] Goldman, A.J., Cox R.G., Brenner H.: Slow viscous motion of a sphere parallel to a plane wall. Motion through a quiescent fluid., 1967, *Chem. Eng. Sci.* 22, 637-651.
- [22] Hiroshima H., Atobe H.: Viscosity measurements of spin-coated UV Nanoimprint Resin. *J. Vac. Sci. Technol. B*, 2007, 25 (6).
- [23] Washiya R., Mizukami M., Kurihara K., Oota E.: Nano-scale spreading of resist droplet in nanoimprint process. NNT2009, abstract P29.